

①⑨ RÉPUBLIQUE FRANÇAISE  
INSTITUT NATIONAL  
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE  
PARIS

①⑪ N° de publication :

2 799 122

(à n'utiliser que pour les  
commandes de reproduction)

②① N° d'enregistrement national :

99 12418

⑤① Int Cl<sup>7</sup> : A 61 K 7/48

(5)

①②

## DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

②② Date de dépôt : 04.10.99.

③③ Priorité :

⑦① Demandeur(s) : AGRO INDUSTRIE RECHERCHES  
ET DEVELOPPEMENTS ARD Société anonyme — FR.

⑦② Inventeur(s) : MATHALY PHILIPPE et PIANELLI  
GUILLAUME.

④③ Date de mise à la disposition du public de la  
demande : 06.04.01 Bulletin 01/14.

⑤⑥ Liste des documents cités dans le rapport de  
recherche préliminaire : *Se reporter à la fin du  
présent fascicule*

⑥① Références à d'autres documents nationaux  
apparentés :

⑦③ Titulaire(s) :

⑦④ Mandataire(s) : PROT INNOV INTERNATIONAL.

⑤④ PRODUCTION D'UN COMPLEXE LIPIDIQUE VEGETAL COMME AGENT COSMETIQUE ET NUTRACEUTIQUE.

⑤⑦ L'invention concerne un complexe lipidique végétal,  
dont le profil lipidique est proche de celui de la peau humaine.

Il s'agit plus particulièrement d'un extrait huileux d'origine  
céréalière, qui se distingue principalement en ce qu'il est  
constitué de sphingolipides, glycosphingolipides, stérols, acides  
gras essentiels, phospholipides et glycolipides, dans des  
proportions similaires à celles de la barrière cutanée de  
l'épiderme.

Principale application: cosmétologie.

FR 2 799 122 - A1



La présente invention concerne, d'une manière générale, un complexe lipidique végétal, en particulier un extrait huileux d'origine céréalière, dont le profil lipidique est relativement proche de celui de la peau humaine.

5

La peau, dont l'épaisseur varie de 1,5 à 4 mm, est formée de deux types de tissus distincts : le derme et l'épiderme, solidai-  
rement soudés l'un à l'autre le long de la couche basale. L'épi-  
derme, épais seulement de 0,04 à 0,15, est la principale struc-  
10 ture protectrice du corps contre les agressions du milieu exté-  
rieur. La couche cornée ou *stratum corneum* (SC) est la couche la plus superficielle de l'épiderme. Elle forme un vaste en-  
semble constitué de 20 à 30 strates de cellules, qui occupent  
environ les trois quarts de l'épaisseur de l'épiderme. La cohé-  
15 sion de cet ensemble est assurée par un ciment intercellulaire :  
la barrière cutanée.

Ce ciment forme une véritable barrière de perméabilité sélec-  
tive vis-à-vis de l'environnement et est garant de l'étanchéité  
20 du réservoir hydrique de la peau. Il est organisé sous la forme  
d'un réseau continu de lamelles intercellulaires entourant les  
cornéocytes et se forme à partir du matériel expulsé en phase  
terminale de différenciation au niveau de la couche granuleuse  
du SC. Ce matériel a une composition riche en lipides com-  
25 plexes. L'analyse biochimique de ces lamelles lipidiques met  
en évidence quatre groupes de composés majeurs qui sont : les  
acides gras libres et triglycérides, les stérols, les céramides et  
les phospholipides.

Les acides gras libres constitutifs des tryglycérides de la barrière lipidique sont, par ordre de proportions, l'acide palmitique, les acides oléique et stéarique, l'acide linoléique et l'acide palmitoléique.

5

Les stérols sont présents sous forme libre ou sous forme d'esters et jouent un rôle important, avec les phospholipides, dans le maintien de la fluidité et de la perméabilité des bicouches lipidiques.

10

Les céramides sont des sphingolipides présents à l'état libre, et aussi sous forme de cérebrosides (céramides glycosylés).

15

Enfin, les phospholipides présents au niveau du *stratum corneum* humain sont la phosphatidylcholine et la phosphatidyléthanoline.

20

Cette barrière lipidique est le siège de nombreuses réactions de type enzymatique, telles que l'hydrolyse des glucocéramides en céramides sous l'influence de la  $\beta$ -glucocérébrosidase, ou celle des phospholipides en acides gras libres grâce à l'action de la phospholipase  $A_2$ . Toutes ces réactions conduisent à un renforcement de l'hydrophobie de la barrière lipidique.

25

On comprend que, dans une atmosphère sèche ou sous l'action directe du soleil, il se produise une destruction rapide de la barrière lipidique de la couche cornée, ou *stratum corneum*.

(SC) de la peau, favorisant la perte d'eau transcutanée.

Aussi, différents moyens ont-ils été développés, en particulier en cosmétologie, pour pallier cette destruction et réduire la perte d'eau transcutanée qui en résulte. Il s'agit, le plus généralement, de crèmes à base d'extraits huileux, destinées à faire écran au passage des rayons solaires, ou de laits conçus pour réhydrater temporairement le SC après une exposition prolongée de la peau aux rayons du soleil, sans que cela favorise la restructuration de celui-ci à défaut d'avoir disposé, jusqu'alors, d'un complexe lipido-protéique suffisamment proche du ciment intercellulaire constituant la barrière cutanée.

L'huile de germe de blé, huile végétale déjà utilisée en alimentation humaine, est dépourvue de céramides. Elle ne possède donc pas un profil lipidique proche de celui de la peau, et donc aucune propriété de régénération de la barrière lipidique de la peau.

Cette invention, telle qu'elle est caractérisée, résout le problème consistant à obtenir un extrait huileux végétal, contenant des sphingolipides, glycocéramides, stérols, acides gras essentiels, phospholipides et glycolipides dans des proportions similaires à celles de la peau, qui, lorsqu'il est appliqué à la surface de la peau, soit rapidement assimilé au niveau de l'épiderme, en vue d'obtenir une barrière lipidique, capable de jouer un rôle d'étanchéité vis-à-vis de la perte d'eau transcutanée.

L'extrait huileux dont il s'agit est obtenu à partir d'un complexe lipido-protéique extrait du grain d'une céréale.

Selon un mode préférentiel d'obtention, la céréale utilisée est le blé, sous la forme de gluten de farine ou de grains broyés.

Le procédé d'extraction de la phase lipidique d'un complexe lipido-protéique préalablement obtenu, se caractérise par les phases de traitements suivantes :

- a) extraction de la fraction lipidique du complexe lipido-protéique sous solvant éthanolique,
- b) séparation de la fraction alcoolique contenant les lipides de la fraction insoluble contenant essentiellement les protéines,
- c) concentration de la fraction alcoolique jusqu'à obtention d'un extrait lipidique final appelé complexe lipidique.

L'extraction sous solvant peut être réalisée avec de l'éthanol, présentant 99,9 % de pureté, et de préférence avec du bioéthanol.

La macération alcoolique s'opère à une température de 20 à 60° C, avec une préférence pour 40 °C, selon une durée pouvant aller de 30 minutes à 6 heures, avec une préférence pour une durée de 3 heures.

La séparation du résidu protéique de l'alcoolat lipidique est obtenue par centrifugation, ou autres techniques permettant d'ob-

tenir un extrait alcoolique limpide totalement dépourvu de colloïdes ou d'insolubles.

L'extrait alcoolique est ensuite traité par évaporation sous vide, à une température d'environ 20 à 60 ° C, avec une préférence pour 40 °C, jusqu'à l'obtention d'une huile concentrée légèrement ambrée.

La fraction protéique insoluble est, quant à elle, hydrolysée par voie enzymatique ou acide, permettant d'obtenir des hydrolysats de protéines de céréale, et tout particulièrement de blé, bien connus pour leur propriété de régénération cutanée et pour leur effet conditionneur dans les produits capillaires.

Les avantages obtenus, grâce à cette invention, consistent, essentiellement, en ce que ce complexe lipidique présente, du fait d'une composition lipidique très proche de celle de la peau, des propriétés de restructuration de la barrière lipidique cutanée ; le complexe lipidique pouvant être utilisé, soit par application topique, soit par voie orale pour ses propriétés de restructuration de la barrière lipidique cutanée ; et en ce qu'il possède, du fait de sa teneur en vitamine E, des propriétés anti-oxydantes et anti-radicalaires.

Ce complexe lipidique peut être utilisé aussi comme :

- agent nutraceutique pour ses propriétés vitaminiques, anti-oxydantes et anti-radicalaires, soit sous forme de capsule, soit

en incorporation dans les phases lipidiques d'aliments fonctionnels, tels que les biscuits, barres de céréales, produits laitiers, charcuterie, soit encore dans des sauces émulsionnées, ou des crèmes glacées,

- 5 - phase grasse, seule ou en émulsion dans des formulations cosmétiques, du fait de son aspect onctueux et/ou son effet au toucher,
  - formulation de produits anti-rides et de lutte contre le vieillissement par applanissement du micro-relief cutané, tels que,
- 10 par exemple, dans des crèmes de nuit réparatrices,
  - restructurant et relipidant de la fibre capillaire, pouvant être utilisé dans les shampoings, gels douches, produits pour le bain,
  - base de formules hydratantes, seules ou en combinaison avec d'autres agents hydratants ou des agents filmogènes comme
- 15 l'acide hyaluronique, permettant d'optimiser l'effet hydratant des préparations cosmétiques,
  - restructurant sur le relief micro-cutané, dans les produits de maquillage, fonds de teint et fards à lèvres,
  - formulant de produits anti-acnés, de par son action restructu-
- 20 rante sur les peaux soumises à des traitements anti-acnés sévères et délipidants. Il peut être utilisé, notamment, en combinaison avec les AHA,
  - constituant dans des formulations auto-bronzantes, pouvant induire une coloration immédiate après application sur la peau,
- 25 - constituant dans des produits de protection solaire, lotions solaires, produits après-solaires et pré-solaires, du fait que le complexe lipidique présente des propriétés restructurantes par rapport aux dommages provoqués par le soleil,

- constituant dans des lotions ou baumes après-rasage, produits épilatoires ou après-épilatoires, lié aux propriétés de restructuration de la barrière lipidique de la peau du dit complexe lipidique.

5

D'autres caractéristiques et avantages apparaîtront dans la description qui va suivre d'une application de l'invention à la préparation d'un complexe lipido-protéique issu du blé, obtenu par séparation en milieu aqueux d'un mélange composé de farine et d'eau, et de plusieurs exemples d'utilisation du complexe lipido-protéique obtenu selon l'invention.

10

Selon cette application, le cocktail lipidique est extrait d'un complexe lipido-protéique issu du blé, qui peut être obtenu par séparation en milieu aqueux d'un mélange composé de farine de blé et d'eau.

15

La séparation du complexe lipido-protéique du reste des constituants de la farine (essentiellement de l'amidon) peut être obtenue de plusieurs façons :

20

- après formation d'une pâte, résultant d'un mélange eau/farine, on peut faire subir au dit mélange des opérations de séparation de type solide/solide et solide/liquide faisant appel à des technologies telles que : décantation horizontale, centrifugeuse à assiettes, hydrocyclones, filtre presses, filtre rotatif sous vide, ou tout autre technologie permettant d'obtenir une phase lourde contenant essentiellement de l'amidon, une

25



phase intermédiaire ou complexe lipido-protéique et une phase aqueuse riche en composés solubles du blé. La phase lourde peut être purifiée de façon à obtenir un amidon plus pur qui pourra être vendu en l'état, modifié par voie chimique, ou hydrolysé sous forme de sucres solubles. La phase aqueuse pourra être recyclée, purifiée et concentrée pour être commercialisée sur les marchés de l'alimentation du bétail, ou être valorisée dans d'autres domaines d'application. Le complexe lipido-protéique obtenu pourra être séché et vendu en l'état.

10 D'une autre façon, on peut également, à partir du mélange eau/farine, réaliser une hydrolyse enzymatique ou acide de l'amidon au sein même de la farine. Dans ce cas, il faut porter le mélange à plus haute température (minimum 60°C). En fin d'hydrolyse, on obtient un mélange composé essentiellement de sucres solubles, obtenus par dégradation de l'amidon, de protéines et de lipides.

Des opérations unitaires du même type que celles mentionnées ci-dessus permettent d'obtenir, d'un côté, un complexe lipido-protéique insoluble, et, de l'autre, un extrait aqueux sucré. L'extrait aqueux peut, après purification et concentration, être commercialisé sous forme de sirop de sucre.

25 Selon l'invention, le complexe lipido-protéique obtenu par l'une quelconque des deux voies citées ci-dessus a une composition lipidique similaire.

Selon l'invention, le procédé d'extraction de la phase lipidique à partir du dit complexe lipido-protéique s'inscrit dans une démarche d'extraction intégrée, visant à valoriser, d'un côté, la fraction lipidique, et, de l'autre, la fraction protéique. Le dit procédé étant caractérisé comme cela a été exposé plus haut.

L'analyse qualitative de la composition de ce complexe lipidique a été réalisée par chromatographie sur couche mince, sur plaque de silice (0,3 % de matière sèche), avec un mélange chloroforme/méthanol 85 : 15 (v/v). La révélation est effectuée par pulvérisation à l'acide sulfurique 5 % et minéralisation 5 minutes à 145 °C. Les résultats laissent apparaître la présence de phytostérols, glycérides, stérols glycosylés et céramides.

Une étude comparative, menée par chromatographie haute performance sur colonne de silice avec détecteur à diffusion de lumière (DDL), a révélé un spectre composé de triglycérides, stérols, monogalactosyldiglycérides et stérols glycosylés, céramides, digalactosyldiglycérides et cérébrosides.

L'analyse quantitative des composés principaux a été réalisée par chromatographie liquide (Cf tableau n° I).

Tableau I : Analyse quantitative du Complexe Lipidique

COMPOSES	METHODES D'ANALYSES	TENEUR / MS
Lipides totaux	Soxhlet (hydrolyse acide)	80 - 85 %
Céramides et cérébrosides	CHLP	3 - 5 %
Stérols	Dosage enzymatique NFT 60-243	2 %
Autres	-	2 - 4 %

Les résultats montrent que les lipides sont essentiellement présents sous forme de triglycérides et de galactosyldiglycérides.

On note également une proportion importante de phospholipides, qui représentent environ 15 % à 25 % des lipides totaux, représentés en majorité par la phosphatidylcholine (45 % des phospholipides totaux), et de la phosphatidyléthanolamine (12 % des phospholipides totaux).

Enfin, le complexe lipidique contient également des vitamines liposolubles (Cf tableau n° II).

Tableau II : Composition vitaminique du Complexe Lipidique

VITAMINES	COMPOSES	ANALYSES	TENEURS / MS
Vitamine E	Tocophérols	CLHP : NF V 18-402	80,3 mg/100g
Vitamine A	Rétinol	CLHP : NF T 60-234	364,2 UI/Kg
Provitamine A	$\beta$ -carotène	Colorimétrie : AOAC 941.15	0,149 mg/100 g

La chromatographie en phase gazeuse a permis de déterminer la répartition des acides gras constitutifs du complexe lipidique. Comme le montre le tableau n° III, le complexe lipidique se caractérise par une forte teneur en acide palmitique et en acides gras insaturés, qui représentent environ 80 % des acides gras totaux et sont composés majoritairement d'acide linoléique.

Tableau III : Spectre des acides gras constitutifs du complexe lipidique obtenu par CPG selon la norme NF T 60-234

ACIDES GRAS (AG)	TENEURS (% /AG totaux)
Acide palmitique C16:0	19,5 %
Acide stéarique C18:0	0,7 %
Acide oléique C18:1	10,2 %
Acide linoléique C18:2	65,3 %
Acide linolénique C18:3	3,8 %
Acide gadoléique C20:1	0,4 %
Total en acides gras monoinsaturés	10,7 %
Total en acides gras polyinsaturés	69,1 %

Le profil des stérols obtenu par chromatographie phase gaz a permis de déterminer la répartition des stérols contenus dans le complexe lipidique (tableau IV).

5 Tableau IV : Spectre des stérols contenus dans le Complexe Lipidique obtenu par CPG selon la norme NF T 60-232/ISO 6799

	STEROLS (S)	TENEURS (% / S totaux)
	Campestérol	17,6 %
10	Stigmastérol	0,8 %
	Clérostérol	0,3 %
	Bêta-sitostérol	63,9 %
	Sitostanol	7,2 %
	Delta 5-avénastérol	2 %
15	Delta 5-24 stigmastadiénol	0,5 %
	Campestanol	6 %
	D7 – Campestérol	0,3 %
	D7 – Stigmastérol	1 %
	D7 – avenastérol	0,4 %

20 Le spectre de stérols obtenu par CPG montre que les céramides se caractérisent ainsi par une forte proportion en campestérol, et surtout en bêta-sitostérol.

25 Le complexe lipidique peut être utilisé pour des applications cosmétique ou en nutraceutique.

## I. Application en cosmétique :

Des études de solubilité du complexe lipidique ont montré qu'il était soluble à froid dans un certain nombre de phases lipophiles, permettant ainsi leur emploi de façon aisée : un chauffage préalable pouvant, toutefois, s'avérer nécessaire selon la composition en phase grasse des formules. Pour des applications en phase aqueuse, on pourra avoir recours aux solubilisants d'huiles usuels.

10

Les indications qui suivent ont pour objet de démontrer l'activité restructurante du complexe lipidique extrait de blé sur la barrière lipidique du SC.

15 Des mesures de cornéométrie réalisées sur la peau préalablement traitée à l'acétone ont permis de caractériser l'activité restructurante d'émulsions réalisées à partir de ce complexe lipidique.

20 Trois formules de base ont été réalisées pour la mise en oeuvre des tests, chacune d'entre elles ne différant des autres que par sa concentration en complexe lipidique. La composition des émulsions utilisées pour ces tests étant la suivante :

25

Tableau V : Composition des émulsions utilisées pour les tests d'activité restructurante

	Ingrédients	Emulsions (E)		
		E <sub>1</sub>	E <sub>0,25%</sub>	E <sub>2%</sub>
5	Emulsifiant	4%	4%	4%
	Huile de coton Hydrogénée	3%	3%	3%
	Triglycérides caprique / caprique	3%	3,00%	3%
	<i>Compexe lipidique</i>	0%	0,25%	2%
	Phenonip	0,50%	0,50%	0,50%
	Eau	QSP 100 %	QSP 100 %	QSP 100 %

- 10 Chacune de ces formules a été préparée suivant la méthode directe ci-dessous :

préparation des ingrédients et introduction dans un même bêcher chauffé au bain-marie pendant 15 minutes à 75 °C,

- 15 agitation à 1300 rpm pendant 2 minutes au bain-marie,  
refroidissement à température ambiante pendant environ 30 mn sous agitation lente,  
mûrissement de l'émulsion à l'étuve à 25°C pendant 24 heures.

- 20 Ces différentes préparations ont été appliquées sur les avant-bras de volontaires préalablement traités à l'acétone pendant une minute, afin de destructurer la barrière lipidique du *stratum corneum*. Trois zones de 3 cm de diamètre sont ensuite délimitées distinctement sur chaque avant-bras. Une quantité
- 25 identique et reproductible de 20 µl de chacune des 3 émulsions est déposée au sein des zones précédemment définies à l'aide d'une micro-pipette à réserve.

Pendant toute la durée de l'expérience, les volontaires sont maintenus en chambre close et en atmosphère contrôlée, afin de limiter la part des variations dans les mesures qui pourraient être imputées à des changements des facteurs externes. La  
5 température est ainsi fixée à 22 °C et le taux d'humidité est maintenu à un niveau compris entre 45 et 55 %.

Les mesures d'hydratation ont été réalisées à l'aide d'un cornéomètre CM 825, qui mesure la capacitance électrique au ni-  
10 veau de la peau. Chaque valeur enregistrée correspond à une moyenne de trois mesures successives au sein des zones étudiées après stabilisation de l'appareil. Les valeurs enregistrées à 10 correspondent à des mesures effectuées au sein des zones  
15 délimitées après traitement à l'acétone et avant application des émulsions. Les mesures sont ensuite effectuées à partir de 30 minutes après application des émulsions, afin que les teneurs en eau initiales de celles-ci n'interfèrent pas avec les valeurs enregistrées.

20 Les valeurs sont alors relevées toutes les 15 mn au cours de la première demi-heure, puis toutes les 30 mn pendant les deux heures suivantes. Des mesures sont également réalisées au niveau de la peau n'ayant subi aucun traitement, ainsi qu'au niveau d'une zone traitée à l'acétone sans application d'émul-  
25 sion, afin d'écarter, au moment du traitement statistique, les individus dont les valeurs ne s'avèreraient pas cohérentes.

L'analyse statistique a permis de mettre en oeuvre deux mé-



thodes de traitement des données portant sur dix séries de mesures sur volontaires sains.

Dans un premier temps, on analyse l'effet des trois émulsions appliquées sur l'évolution de l'hydratation cutanée. Dans ce cas, pour chaque zone délimitée et pour chaque individu, on calcule les différences des valeurs mesurées à un instant  $t$  et la valeur initiale relevée à  $t_0$ . On réalise ensuite une moyenne de ces écarts pour chacune des zones délimitées.

Tableau VI : Moyenne des écarts d'hydratation après application des émulsions par rapport à l'instant  $t_0$  (traitement à l'acétone)

TEMPS $t$	Moyennes des écarts d'hydratation en unités cornéométriques ( $n=10$ )		
	$E_t$	$E_{0,25\%}$	$E_{2\%}$
30 mn	-1,7	0,5	4,3
45 mn	-1,6	0,3	5,6
1 h	-1,5	1,9	6,9
1h 30	-0,3	2,1	7,2
2 h	0,2	1,2	6,1
2 h 30	0,1	1,8	6,7

L'émulsion témoin reste incapable de limiter la déshydratation de la peau pendant toute la durée de l'expérience, montrant ainsi sa faible influence sur la barrière lipidique cutanée détruite par l'acétone.

Les deux séries de données relatives aux émulsions contenant le complexe lipidique montrent un comportement relativement similaire avec un effet positif rapide dès les premières heures après application, puis, après un palier, une reprise progressive.

- 5 L'intensité de l'hydratation est bien entendu plus élevée à 2 % qu'à 0,25 % d'emploi du complexe lipidique.
- 10 La neutralité de l'émulsion ayant été démontrée, celle-ci a servi de référence pour la mesure de l'influence du complexe lipidique sur l'amélioration de l'hydratation cutanée.

15 Afin de pouvoir comparer les séries de mesures réalisées sur les trois zones distinctes de l'avant-bras, on pondère chacune des valeurs relevées au cours de l'expérience par l'écart initial observé dans les mesures à t0, après traitement à l'acétone et avant application des émulsions. Les valeurs relevées sur la zone où l'émulsion témoin est appliquée sont ensuite prises

20 comme référence à 100 % pour chaque individu. Les valeurs correspondant aux émulsions contenant l'actif sont exprimées en pourcentage par rapport à la référence. On réalise ensuite une moyenne sur l'ensemble du panel.

Tableau VII : Pourcentages moyens d'hydratation observés avec les émulsions à base du complexe lipidique par rapport au témoin.

TEMPS t	Pourcentages Moyens d'Hydratation (n = 10)		
	Et	E0,25%	E2%
t0	100	100	100
30 mn	100	107,11	112,33
45 mn	100	107,66	114,61
1 h	100	111,1	120,6
1 h 30	100	108,21	116,39
2 h	100	104,19	111,22
2 h 30	100	105,46	112,72
3 h	100	112,16	114,34

15

On constate que les taux d'hydratation cutanée, observés au cours de la durée de l'expérience, sont significativement plus élevés dans le cas des émulsions à base du complexe lipidique. On observe un premier effet immédiat dès la première heure après application, avec amélioration de l'hydratation cutanée allant jusqu'à 20 % par rapport au témoin pour l'émulsion contenant 2 % de complexe lipidique. Un effet retard est observé à partir de la deuxième heure après application, et se prolonge dans le temps.

25

L'exemple suivant permet de concrétiser l'utilisation cosmétique du complexe lipidique selon l'invention :

**Préparation d'une crème de nuit réparatrice :**

5	Emuliance	Alkyl Polyglycosides de blé	4.0%
	Miglyol 812N	Triglycérides Caprique/Caprilique	5.0%
		Huile de coton hydrogénée	3.0%
		Dimethicone 200.350 Cps	2.0%
	<b>Complexe lipidique</b>		<b>1.0%</b>
10	Bashyal	Solution à 1% de hyaluronate de Na	1.0%
		Bas poids moléculaire	
	Vitalhyal	Solution à 1% de hyaluronate de Na	2.0%
15		Haut poids moléculaire	
	Mucilance	Acide muclique	0.1%
	HWP	Protéines de blé hydrolysées	0.2%
	Phenonip	Conservateur	0.5%
	Eau		QSP 100%
	Parfums		QS

**Procédure de préparation :**

- 20 . Préparer l'ensemble des ingrédients et les chauffer au bain-marie à 75°C.
- . Agiter à 1300 rpm quelques minutes à 75°C.
- . Retirer du bain-marie,
- . Laisser refroidir sous agitation à 300 rpm jusqu'à 30°C,
- . Ajouter les parfums,
- 25 . Ajuster le pH à la neutralité si nécessaire,
- . Stopper l'agitation.

Cette préparation est stable pendant 3 mois à 45°C.

## II) Application en nutraceutique :

Ce complexe lipidique peut également être utilisé par voie orale :

5

- soit sous forme de capsule de gélatine, tel que Capsugel par exemple, pour ses fonctions vitaminiques, antioxydantes et anti-radicalaires. Ils peuvent être encapsulés sous forme d'huile liquide ou de pâte huileuse dans des capsules molles qui peuvent ensuite être assimilées par voie orale et se dissoudre dans l'estomac.

10  
- soit par incorporation dans des aliments fonctionnels ; ils doivent, dans ce cas, être incorporés dans les phases lipidiques (beurre, huiles alimentaires, graisses) pour leurs fonctions nutraceutiques, vitaminiques, anti-oxydantes et anti-radicalaires.

15  
Ils peuvent également être utilisés comme phase grasse dans des applications alimentaires, telles que des émulsions ou autres préparations nécessitant la présence de phase huileuse.

20  
Les applications suivantes, données à titre d'exemple non limitatif, constituent quelques indications sur les possibilités de développement de l'invention :

## Exemple 1

**Crème auto-bronzante et hydratante résistante à l'eau**

5	A - Alkyl polyglycosides	4,0 %
	Aloe vera	0,5 %
	Complexe lipidique	0,5 %
	Beurre de karité	0,2 %
	Diméthicone	2,0 %
10	2-octyl dodécyl myristate (MOD)	3,0 %
	Propylglycol stéarate (Stepan PGMS)	1,0 %
	Acide stéarique	1,0 %
	Vitamine E	0,1 %
	Acide hyaluronique (VITALHYAL)	1,0 %
15	Phénonip	0,5 %
	B- Glycérol	10 %
	Eau	qsp 100%
20	C- Dihydroxyacétone	5,0 %
	Eau	10,0 %
	D- Fragrance	QS

## 25 Procédé de fabrication de la crème :

Peser tous les ingrédients de A

Peser tous les ingrédients de B et homogénéiser

Chauffer à 75 °C séparément

- Mettre A sous agitation à 800 rpm  
Ajouter B en filet dans A  
Mélanger à 1300 rpm quelques minutes à 75 °C  
Laisser refroidir à 40 ° C en agitant à 300 rpm  
5 Préparer la solution C à température ambiante  
Additionner C et D dans l'émulsion  
Corriger le pH si cela est nécessaire.

### Exemple 2

10

### Lait hydratant

	Alkyl. polyglycosides	2,0 %
	Miglyol 812 N	2,0 %
15	Complexe lipidique	1,0 %
	Isostéarate d'isostéaryle	3,0 %
	Diméthicone	2,0 %
	Acide stéarique	1,0 %
	Acide hyaluronique (VITALHYAL)	1,0 %
20	Phénonip	0,5 %
	Eau	QSP 100%

### Procédé de fabrication du lait :

- Peser tous les ingrédients  
25 Chauffer à 75 °C  
Mélanger à 3000 rpm quelques minutes à 75 °C  
Laisser refroidir à 30 ° C en agitant à 500 rpm  
Corriger le pH si cela est nécessaire.

## Exemple 3

## Lait démaquillant

5	A-	Alkyl polyglycosides	4,0 %
		Beurre de karité	2,0 %
		Diméthicone	2,0 %
		Huile d'amande douce	2,0 %
		Huile de Jojoba	3,0 %
10		Huile de coton hydrogénée	1,0 %
		Complexe lipidique	2,0 %
	B-	Vitamine E	0,5 %
		Vitalhyal	5,0 %
15		Mucilliance	0,05 %
		Peptides de blé	0,5 %
		Solavena	1,0 %
		Phénonip	0,4 %
		Eau	qsp 100 %
20			
	C-	Gelwhite (3% dans l'eau)	10,0 %
	D-	Parfum	QS
		Colorant	QS
25			



**Procédé de fabrication du lait**

Peser tous les ingrédients de A et chauffer à 75 °C

Peser tous les ingrédients de B et chauffer à 75 °C sous agitation

5 Ajouter B dans A sous agitation à 800 rpm et à 75 °C

Agiter 2 minutes à 1300 rpm

Agiter à 200 rpm jusqu'à 40 °C

Ajouter C

Corriger le pH si cela est nécessaire

10 Ajouter D.

**Exemple 4****Crème de nuit**

15	Alkyl polyglycosides	4,0 %
	Diméthicone	2,0 %
	Huile de jojoba	1,5 %
	Huile d'amandes douces	1,5 %
	MOD	5,0 %
20	Acide stéarique	2,0 %
	Complexe lipidique	1,0 %
	Solavena	1,0 %
	Vitalhyal (acide hyaluronique)	2,0 %
	Vitamine E	0,5 %
25	Phénonip	0,5 %
	Fragance	QS
	Colorant	QS
	Eau	QSP 100 %

25

## Procédé de fabrication de la crème

Peser tous les ingrédients excepté la fragrance

Chauffer à 75 °C

5 Mélanger à 300 rpm quelques minutes jusqu'à 40 °C

Ajuster le pH

Additionner la fragrance

Passer dans un homogénéisateur à 300 bars.

## 10 Exemple 5

## Crème fluide gommante

	Alkyl polyglycosides	4,0 %
15	Miglyol 812 N	6,0 %
	Complexe lipidique	4,0 %
	Acide hyaluronique (vitalhyal)	2,0 %
	Exfoliance	5,0 %
	Phénonip	0,5 %M
20	Fragrance	QS
	Eau	QSP 100 %

## Procédé de fabrication de la crème fluide :

25 Peser tous les ingrédients excepté la fragrance

Chauffer à 50 °C

Mélanger à 1300 rpm quelques minutes

Laisser refroidir en agitant à 300 rpm

A 25 °C additionner la fragrance  
Corriger le pH si cela est nécessaire.

### Exemple 6

5

#### Baume nutritif pour cheveux

	Alkyl polyglycosides	3,0 %
	Diméthicone	1,0 %
10	Complexe lipidique	0,5 %
	Peptides de blé	0,5 %
	Phénonip	0,5 %
	Parfum	QS
	Eau	QSP 100 %

15

#### Procédé de fabrication du baume nutritif :

- Peser tout sauf le parfum  
Chauffer à 75° C  
20 Agiter à 1300 rpm 1 minute  
Laisser refroidir à 300 rpm jusqu'à 25 ° C  
Ajouter le parfum

25

## Exemple 7

## Crème anti-acnée

5	Alkyl polyglycosides	4,0 %
	Huile de paraffine (MARCOL 82)	2,0 %
	Miglyol 812 N	2,0 %
	Complexe lipidique	1,0 %
10	Isostéarate d'isostéaryle	3,0 %
	Diméthicone	2,0 %
	Acide stéarique	2,0 %
	Sophoroses lipides (SOPHOLIANCE)	1,0 %
	Phénonip	0,5 %
15	Eau	QSP 100 %

## Procédé de fabrication de la crème :

- 20 Préparer une solution aqueuse limpide de SOPHOLIANCE  
à 25 % de matière sèche, à pH 6 (NaOH)  
Peser tous les ingrédients excepté SOPHOLIANCE  
Chauffer à 75° C pendant 10 minutes  
Mélanger à 1500 rpm 1 minute à 75 °C  
Laisser refroidir en agitant à 300 rpm
- 25 Additionner SOPHOLIANCE vers 50 °C  
Corriger le pH si cela est nécessaire  
Stopper l'agitation vers 30 ° C.

## Revendications

1. Complexe lipidique végétal, caractérisé en ce qu'il est constitué de sphingolipides, glycosphingolipides, stérols, acides gras essentiels, phospholipides et glycolipides dans des proportions similaires à celles de la barrière cutanée de l'épiderme.  
5
2. Complexe lipidique végétal selon la revendication 1, caractérisé en ce que le végétal utilisé est une céréale.
3. Complexe lipidique végétal selon la revendication 2, caractérisé en ce que la céréale est utilisée sous la forme de grain.  
10
4. Complexe lipidique végétal selon la revendication 2 ou 3, caractérisé en ce qu'il est obtenu sous la forme d'un produit huileux extrait du gluten de la farine, ou directement du grain  
15 broyé.
5. Complexe lipidique végétal selon l'une des revendications 2 à 4, caractérisé en ce que la céréale utilisée est du blé.
- 20 6. Procédé d'obtention d'un complexe lipidique végétal selon les revendications 1 à 5, caractérisé en ce qu'il consiste à appliquer, au grain d'une céréale choisie, les phases de traitements suivantes :  
25 a) extraction de la fraction lipidique du complexe lipido-protéique sous solvant éthanolique,

- b) séparation de la fraction alcoolique contenant les lipides de la fraction insoluble contenant essentiellement les protéines,
  - c) concentration de la fraction alcoolique obtenue à l'étape précédente, jusqu'à l'obtention d'un extrait lipidique constituant le
- 5 complexe lipidique recherché.

7. Procédé selon la revendication 6, caractérisé en ce que le solvant éthanolique utilisé est de l'éthanol à 99,9 % de pureté.
- 10 8. Procédé selon la revendication 7, caractérisé en ce que l'éthanol utilisé est du bioéthanol.

9. Procédé selon la revendication 6, caractérisé en ce que la macération alcoolique s'effectue à une température de 20 à 60 °
- 15 C, avec une préférence pour 40 °C, pendant une durée de 30 minutes à 6 heures, avec une préférence pour une durée de 3 heures.

10. Procédé selon la revendication 6, caractérisé en ce que la
- 20 séparation du résidu protéique de l'alcoolat lipidique s'effectue par centrifugation, ou autres techniques permettant d'obtenir un extrait alcoolique limpide totalement dépourvu de colloïdes ou d'insolubles.

- 25 11. Procédé selon la revendication 6 ou 10, caractérisé en ce que l'extrait alcoolique obtenu est traité par évaporation sous vide, à température d'environ 20 à 60 ° C, avec une préférence pour 40 °C, jusqu'à l'obtention d'une huile concentrée légère-

ment ambrée.

12. Procédé selon la revendication 6, caractérisé en ce que la  
fraction protéique insoluble est hydrolysée par voie enzymati-  
5 que ou acide, jusqu'à l'obtention d'hydrolysats de protéines de  
la céréale choisie.

13. Utilisation du complexe lipidique végétal selon les revendi-  
cations 1 à 5, comme agent d'hydratation cutanée.

10

14. Utilisation du complexe lipidique végétal selon les revendi-  
cations 1 à 5, en nutraceutique.

15. Utilisation du complexe lipidique végétal selon les revendi-  
cations 1 à 5, en cosmétologie comme phase grasse.

15

16. Utilisation du complexe lipidique végétal selon les revendi-  
cations 1 à 5, comme agent restructurant.

20

25



INSTITUT  
NATIONAL DE  
LA PROPRIÉTÉ  
INDUSTRIELLE

# RAPPORT DE RECHERCHE PRÉLIMINAIRE

établi sur la base des dernières revendications  
déposées avant le commencement de la recherche

2799122

N° d'enregistrement  
national

FA 579254  
FR 9912418

DOCUMENTS CONSIDÉRÉS COMME PERTINENTS		Revendication(s) concernée(s)	Classement attribué à l'invention par l'INPI
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes		
X	FR 2 676 936 A (INOCOSM LABORATOIRES) 4 décembre 1992 (1992-12-04) * revendications 1,2,9 *	1-6, 13-16	A61K7/48
X	FR 2 753 200 A (FABRE PIERRE DERMO COSMETIQUE) 13 mars 1998 (1998-03-13) * revendications 1,10,13,27-32 *	1,6, 12-16	
X	EP 0 841 057 A (RHONE POULENC RORER GMBH) 13 mai 1998 (1998-05-13) * page 5, ligne 50-54; revendications 1-3; exemples *	1-5	
A	CH 689 373 A (GIVENCHY PARFUMS) 31 mars 1999 (1999-03-31) * revendications 1,4 *	1-5	
			DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHÉS (Int.CL7)
			A61K
Date d'achèvement de la recherche		Examineur	
26 juin 2000		Beyss, E	
CATÉGORIE DES DOCUMENTS CITÉS			
<p>X : particulièrement pertinent à lui seul  Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un  autre document de la même catégorie  A : arrière-plan technologique  O : divulgation non-écrite  P : document intercalaire</p>			
<p>T : théorie ou principe à la base de l'invention  E : document de brevet bénéficiant d'une date antérieure  à la date de dépôt et qui n'a été publié qu'à cette date  de dépôt ou qu'à une date postérieure.  D : cité dans la demande  L : cité pour d'autres raisons  &amp; : membre de la même famille, document correspondant</p>			

EPO FORM 1503 12.99 (PAC14)